

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PENT COOPERATION TREA

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION  
(PCT Rule 61.2)

GPO

8

Date of mailing (day/month/year)  
24 October 2000 (24.10.00)

To:

Assistant Commissioner for Patents  
United States Patent and Trademark  
Office  
Box PCT  
Washington, D.C.20231  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

in its capacity as elected Office

International application No.  
PCT/DE00/00872Applicant's or agent's file reference  
204/99003WOInternational filing date (day/month/year)  
22 March 2000 (22.03.00)Priority date (day/month/year)  
24 March 1999 (24.03.99)

Applicant

KURZE, Peter et al

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:

06 September 2000 (06.09.00)

in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election  was was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO  
34, chemin des Colombettes  
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

Authorized officer

Antonia Muller

Telephone No.: (41-22) 338.83.38

DE0000872

## TENT COOPERATION TREATY

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCT

## NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

|  |   |
|--|---|
| Date of mailing (day/month/year)<br>06 June 2001 (06.06.01)            | To:<br><br>Commissioner<br>US Department of Commerce<br>United States Patent and Trademark<br>Office, PCT<br>2011 South Clark Place Room<br>CP2/5C24<br>Arlington, VA 22202<br>ETATS-UNIS D'AMERIQUE<br>in its capacity as elected Office |
| International application No.<br>PCT/DE00/00872                        | Applicant's or agent's file reference<br>204/99003WO  |
| International filing date (day/month/year)<br>22 March 2000 (22.03.00) | Priority date (day/month/year)<br>24 March 1999 (24.03.99)  |
| Applicant<br>KURZE, Peter et al  |   |

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:

06 September 2000 (06.09.00)

in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

\_\_\_\_\_

2. The election  was

was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

|   |  |
|---|--|
| The International Bureau of WIPO<br>34, chemin des Colombettes<br>1211 Geneva 20, Switzerland<br><br>Facsimile No.: (41-22) 740.14.35 | Authorized officer<br><br>Simin Baharlou<br><br>Telephone No.: (41-22) 338.83.38 |
|---|--|

PATENT COOPERATION TR. 17

PCT

**NOTIFICATION OF ELECTION**  
(PCT Rule 61.2)

|   |   |
|---|---|
| <b>Date of mailing</b> (day/month/year)<br>12 June 2001 (12.06.01)            | <b>ETATS-UNIS D'AMERIQUE</b><br>in its capacity as elected Office |
| <b>International application No.</b><br>PCT/DE00/00872                        | <b>Applicant's or agent's file reference</b><br>204/99003WO       |
| <b>International filing date</b> (day/month/year)<br>22 March 2000 (22.03.00) | <b>Priority date</b> (day/month/year)<br>24 March 1999 (24.03.99) |
| <b>Applicant</b>  |   |
| KURZE, Peter et al  |   |

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:

06 September 2000 (06.09.00)

in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election  was

was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32,2(b).

|   |  |
|---|--|
| <p><b>The International Bureau of WIPO</b><br/>34, chemin des Colombettes<br/>1211 Geneva 20, Switzerland</p> <p>Facsimile No.: (41-22) 740.14.35</p> | <p>Authorized officer</p> <p>Simin Baharou</p> <p>Telephone No.: (41-22) 338.83.38</p> |
|---|--|

PCT

WELTOORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales Büro  
INTERNATIONALE AUSGABUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)



(51) Internationale Patentklassifikation  
C23C 22/00

A2

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/56950  
(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 28. September 2000 (28.09.00)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE00/00872  
(22) Internationales Anmeldedatum: 22. März 2000 (22.03.00)

(30) Prioritätsdaten:  
199 13 242.9 24. März 1999 (24.03.99) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten außer US): ELECTRO  
CHEMICAL ENGINEERING GMBH [CH/CH]; Poststrasse  
9, CH-6301 Zug (CH).

(72) Erfinder; und  
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): KURZE, Peter [DE/DE];  
Lagerstrasse 10, D-52385 Nideggen (DE). KRÜGER, Ul-  
rike [DE/DE]; Falladastrasse 12, D-50171 Kerpen (DE).  
KOHLER, Marco [DE/DE]; Hordorfer Weg 49, D-53332  
Bornheim (DE). BANERJEE, Dora [DE/DE]; Regengasse  
10, D-50171 Kerpen (DE).

(74) Anwalt: DUNKELBERG, Oliver, Partnerschaft Dunkelberg &  
Stute, Friesenwall 5-7, D-50672 Köln (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA,  
BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ,  
EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS,  
JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV,  
MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO,  
RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA,  
UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM,  
KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent  
(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches  
Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR,  
IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF,  
CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht  
Ohne internationalem Recherchenbericht und erneut zu  
veröffentlichen nach Erhalt des Berichts.

(54) Title: CHEMICALLY PASSIVATED OBJECT MADE OF MAGNESIUM OR ALLOYS THEREOF  
(54) Bezeichnung: CHEMISCH PASSIVIERTER GEGENSTAND AUS MAGNESIUM ODER SEINEN LEGIERUNGEN

(57) Abstract

The invention relates to an object made of magnesium or alloys thereof, whose surface is partially or wholly covered with a conversion layer. Said conversion layer contains MgO, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and MnO<sub>2</sub> in addition to at least one oxide from the vanadium, molybdenum and tungsten group. The invention also relates to a method for producing such an object and the use thereof.

(57) Zusammenfassung

Gegenstand aus Magnesium oder seinen Legierungen, dessen Oberfläche ganz oder teilweise eine Konversionsschicht aufweist, wobei die Konversionsschicht MgO, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und MnO<sub>2</sub> sowie mindestens ein Oxid aus der Gruppe von Vanadium, Molybdän und Wolfram aufweist; sowie ein Verfahren zur Herstellung eines solchen Gegenstandes und dessen Verwendung.

#### ***LEDIGLICH ZUR INFORMATION***

**Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.**

|    |                              |    |                             |    |   |    |                                |
|----|------------------------------|----|-----------------------------|----|---|----|--------------------------------|
| AL | Albanien                     | ES | Spanien                     | LS | Lesotho   | SI | Slowenien                      |
| AM | Armenien                     | FI | Finnland                    | LT | Litauen   | SK | Slowakei                       |
| AT | Österreich                   | FR | Frankreich                  | LU | Luxemburg                                       | SN | Senegal                        |
| AU | Australien                   | GA | Gabun                       | LV | Lettland  | SZ | Swasiland                      |
| AZ | Aserbaidschan                | GB | Vereinigtes Königreich      | MC | Monaco  | TD | Tschad                         |
| BA | Bosnien-Herzegowina          | GE | Georgien                    | MD | Republik Moldau                                 | TG | Togo                           |
| BB | Barbados                     | GH | Ghana                       | MG | Madagaskar                                      | TJ | Tadschikistan                  |
| BE | Belgien                      | GN | Guinea                      | MK | Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien | TM | Turkmenistan                   |
| BF | Burkina Faso                 | GR | Griechenland                | ML | Mali  | TR | Türkei                         |
| BG | Bulgarien                    | HU | Ungarn                      | MN | Mongolei  | TT | Trinidad und Tobago            |
| BJ | Benin                        | IE | Irland                      | MR | Mauretanien                                     | UA | Ukraine                        |
| BR | Brasilien                    | IL | Israel                      | MW | Malawi  | UG | Uganda                         |
| BY | Belarus                      | IS | Island                      | MX | Mexiko  | US | Vereinigte Staaten von Amerika |
| CA | Kanada                       | IT | Italien                     | NE | Niger   | UZ | Usbekistan                     |
| CF | Zentralafrikanische Republik | JP | Japan                       | NL | Niederlande                                     | VN | Vietnam                        |
| CG | Kongo                        | KE | Kenia                       | NO | Norwegen  | YU | Jugoslawien                    |
| CH | Schweiz                      | KG | Kirgisistan                 | NZ | Neuseeland                                      | ZW | Zimbabwe                       |
| CI | Côte d'Ivoire                | KP | Demokratische Volksrepublik | PL | Polen   |    |                                |
| CM | Kamerun                      | KR | Korea                       | PT | Portugal  |    |                                |
| CN | China                        | KR | Republik Korea              | RO | Rumänien  |    |                                |
| CU | Kuba                         | KZ | Kasachstan                  | RU | Russische Föderation                            |    |                                |
| CZ | Tschechische Republik        | LC | St. Lucia                   | SD | Sudan   |    |                                |
| DE | Deutschland                  | LI | Liechtenstein               | SE | Schweden  |    |                                |
| DK | Dänemark                     | LK | Sri Lanka                   | SG | Singapur  |    |                                |
| EE | Estland                      | LR | Liberia                     |    |   |    |                                |

09/937154  
JC03 PCT/PTO 21 SEP 2001

## „Chemisch passivierter Gegenstand aus Magnesium oder seinen Legierungen“

Die vorliegende Erfindung betrifft einen Gegenstand aus Magnesium oder seinen Legierungen, der eine durch Passivierung der Oberfläche erzeugte Konversionsschicht aufweist, sowie ein Verfahren zur Herstellung eines solchen Gegenstandes und dessen Verwendung.

Magnesium und seine Legierungen sind die leichtesten, aber auch unedelsten metallischen Konstruktionswerkstoffe (Normalpotential von Mg : -2,34 Volt) und neigen deshalb sehr stark zu Korrosion. Um dieser nachteiligen Eigenschaft entgegenzuwirken, werden Magnesium und seine Legierungen in wässrigen Passivierungselektrolyten behandelt. Durch den dabei ablaufenden Redoxvorgang (ohne äußere Stromquelle) bildet sich eine Konversionsschicht, die aus Oxiden des Magnesiumwerkstoffes und oxidischen Reaktionsprodukten, die aus den Bestandteilen des wässrigen Passivierungselektrolyten herrühren, besteht.

Unter dem Begriff „Konversionsschicht“ wird hier und im folgenden eine Schicht verstanden, die nicht durch Auftrag auf eine Oberfläche, sondern durch chemische Umwandlung (Konversion) der metallischen Oberfläche und verschiedenen Bestandteilen des wässrigen Passivierungselektrolyten gebildet wird (vgl. H. Simon, M. Thoma „Angewandte Oberflächentechnik für metallische Werkstoffe“, Carl Hanser Verlag, München (1985) S. 4).

So ist zum Beispiel die Chromatierung von Gegenständen aus Magnesium oder seinen Legierungen bekannt. Die entsprechenden Verfahren werden insbesondere in den MIL-Spezifikationen M3171 Typ I bis Typ III beschrieben. Dabei werden zur Passivierung Chromsäure oder deren Salze eingesetzt. Auch die Verwendung von Natrium-dichromat in Kombination mit Kaliumpermanganat ist beschrieben (Dow Chemical Treatment, No. 22). Die chemische Passivierung mittels Chrom(VI)-haltiger wässriger Passivierungselektrolyte ist einfach durchzuführen. Diese hat aber den gravierenden

Nachteil, daß die chroomhaltigen Stoffe, die auch in den gebildeten Konversionschichten enthalten sind, kanzerogen sind.

Darüber hinaus stellt die Wiederverwertbarkeit chromatierter Gegenstände aus Magnesium oder seinen Legierungen ein erhebliches Problem dar, da diese aufgrund ihres Gehalts an Schwermetallen nur mit erheblichem Aufwand zu sogenannten „High-Purity“-Materialien recycelt werden können.

Aus Gründen des Umweltschutzes und der Arbeitssicherheit ist es das Bestreben von Herstellern und Verarbeitern passivierter Gegenstände aus Magnesium oder seinen Legierungen, einen Ersatz für die herkömmliche Chromatierung unter Verwendung von chromatfreien wässrigen Passivierungselektrolyten zu finden:

Als chromatfreie wässrige Passivierungselektrolyte für die Passivierung von Gegenständen aus Magnesium oder seinen Legierungen sind beispielsweise von der Firma Dow Chemical vertriebene wässrige Passivierungselektrolyte auf Stannat-Basis bekannt. Es hat sich aber gezeigt, daß die Korrosionsschutzwirkung der dabei erhaltenen Konversionsschicht im Vergleich zu den chromatierten Magnesiumwerkstoffen geringer ist.

Die US 5 743 971 beschreibt ein Verfahren zur Bildung von Korrosionsschutzüberzügen auf Metallen wie Zn, Ni, Ag, Fe, Cd, Al, Mg und deren Legierungen.

Dabei werden diese Metalle in eine Lösung getaucht, die ein Oxidationsmittel, ein Silikat und mindestens ein Kation aus der Gruppe von Ti, Zr, Ce, Sr, V, W und Mo enthält. Der pH-Wert dieser Lösung liegt insbesondere in einem Bereich zwischen 1,5 und 3,0.

Das Oxidationsmittel ist ausschließlich gewählt aus der Gruppe der Peroxoverbindungen. Kaliumpermanganat wird als Oxidationsmittel nicht erwähnt. Auch ist dieser Entgegenhaltung nicht zu entnehmen, welche tatsächlichen Verbesserungen das dort beschriebene Verfahren für Magnesium oder dessen Legierungen im Vergleich zu herkömmlichen Chromatierungen mit sich bringt.

Darüber hinaus ist auch das Phosphatieren von Gegenständen aus Magnesium oder seinen Legierungen bekannt (vgl. Dow Chemical Treatment No. 18). Eine Phosphatierung unter gleichzeitiger Verwendung von Kaliumpermanganat ist in D. Hawk, D.L. Albright, "A Phosphate-Permanganate Conversion Coating for Magnesium", Metal Finishing, October 1995, S. 34 - 38, beschrieben. Auch hier ist der unter Verwendung

dieser wäßrigen Passivierungselektrolyte erhaltene Korrosionsschutz im Vergleich zu einer chromatierten Schicht wesentlich geringer.

Eine weitere Möglichkeit zur chemischen Passivierung wird von CHIBA Institute of Technology, Japan (veröffentlicht im Tagungsmaterial INTERFINISHING 96 World Congress, Birmingham, England, 10. - 12. September 1996, S. 425 - 432) beschrieben, wonach eine Lösung von Kaliumpermanganat alleine oder in Kombination mit geringen Mengen an Säuren ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , HF) in einem wäßrigen Passivierungselektrolyten enthalten ist. Die für die chemische Passivierung erforderliche Temperatur des wäßrigen Passivierungselektrolyten liegt zwischen 40 und 84 °C.

Die auf diese Weise erhältliche Konversionsschicht zeigt eine gute Schutzwirkung, allerdings ist die Stabilität des wäßrigen Passivierungselektrolyten für eine technische Anwendung dieses Verfahrens nicht ausreichend. So fällt nach kurzer Zeit Braunstein ( $\text{MnO}_2$ ) aus, der den wäßrigen Passivierungselektrolyten für die weitere Passivierung von Magnesiumwerkstoffen unbrauchbar macht.

Aufgabe der Erfindung ist die Bereitstellung eines chemisch passivierten Gegenstands aus Magnesium oder seinen Legierungen, dessen Konversionsschicht durch ein elektrolytisches, stromfreies Verfahren erhältlich ist, das auf einfache Weise anwendbar und auf einen industriellen Maßstab übertragbar ist. Die Korrosionsschutzwirkung einer solchen Konversionsschicht sollte darüber hinaus nicht schlechter sein, als die der bekannten, chromatierten Gegenstände aus Magnesium oder seinen Legierungen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch einen Gegenstand aus Magnesium oder seinen Legierungen, dessen Oberfläche ganz oder teilweise eine Konversionsschicht aufweist, dadurch gekennzeichnet, daß die Konversionsschicht  $\text{MgO}$ ,  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  und  $\text{MnO}_2$  sowie mindestens ein Oxid aus der Gruppe von Vanadium, Molybdän und Wolfram aufweist.

Die erfindungsgemäße Konversionsschicht kann erhältlich sein durch Passivierung des Gegenstands mittels eines wäßrigen Passivierungselektrolyten, wobei dieser wäßrige Passivierungselektrolyt Kaliumpermanganat und mindestens ein Alkali- oder Ammoniumsalz eines Anions aus der Gruppe von Vanadat, Molybdat und Wolframat enthält.

Die der Erfindung zugrunde liegende Aufgabe wird gleichermaßen gelöst durch ein Verfahren zur Erzeugung einer Konversionsschicht auf einem Gegenstand aus Magnesium oder seinen Legierungen, dadurch gekennzeichnet, daß der Gegenstand einer

Passivierung mittels eines wäßrigen Passivierungselektrolyten unterzogen wird, wobei der wäßrige Passivierungselektrolyt Kaliumpermanganat und mindestens ein Alkali- oder Ammoniumsalz eines Anions aus der Gruppe von Vanadat, Molybdat und Wolframat enthält.

Die erfindungsgemäße Konversionsschicht hat eine goldbraune bis graubraune, irisierende Farbe und enthält  $MgO$ ,  $Mn_2O_3$ ,  $MnO_2$  und mindestens ein Oxid aus der Gruppe von Vanadium, Molybdän und Wolfram.

Untersuchungen haben gezeigt, daß die Korrosionsschutzwirkung dieser Konversionschicht nicht geringer ist, als die einer herkömmlichen Chromatschicht.

Insbesondere vor dem Hintergrund, daß die erfindungsgemäß verwendeten Anionen im Vergleich mit den Chromationen einzeln betrachtet eine geringere Oxidationskraft als Chromationen besitzen, wird deutlich, daß erst durch Kombination der Permanganationen mit den entsprechenden Vanadat-, Molybdat- und/oder Wolframationen ein synergistischer Effekt erzielt wird, der zur Bildung einer korrosionshemmenden Konversionsschicht auf Gegenständen aus Magnesium oder seinen Legierungen führt. Dies ist von besonderer Bedeutung, da die Kaliumpermanganat enthaltenden wäßrigen Passivierungselektrolyte des Standes der Technik eine solche Oxidationskraft der Elektrolytlösung nur durch eine Senkung des pH-Werts und/oder Temperaturerhöhung erzielen können.

Eine mögliche Erklärung für diesen synergistischen Effekt kann in der Bildung sehr starker, sogenannter Heteropolysäuren in Form ihrer löslichen Ammonium- oder Alkalialze liegen.

Ein besonderer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens ist die Tatsache, daß der wäßrige Passivierungselektrolyt auch nach einer längeren Standzeit noch stabil ist, ohne daß hierbei Braunstein in einer Menge ausfällt, die den wäßrigen Passivierungselektrolyten für die Passivierung von Gegenständen aus Magnesium oder seinen Legierungen unbrauchbar machen würde.

Daher ist es bei dem vorliegenden Verfahren in einfacher Weise möglich, nach langerer Anwendungszeit die verbrauchten Chemikalien auf einfache Weise nachzudosieren, ohne daß der wäßrige Passivierungselektrolyt selber ausgewechselt werden muß.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist zusätzlich auf der Konversionsschicht eine Polymerschicht aufgebracht, die erhältlich ist durch Polymerisieren und/oder Vernetzen einer Lösung, die mindestens eine Alkoxysilanverbindung enthält.

Auf diese Weise werden die mechanischen und chemischen Eigenschaften der Konversionsschicht (z.B. Korrosionsbeständigkeit oder Abriebfestigkeit) deutlich erhöht. Die erfindungsgemäße Konversionsschicht wirkt hierbei als Haftgrund.

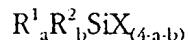
So weist die entsprechend dem erfindungsgemäßen Verfahren erhältliche Konversionsschicht Poren mit einer Größe zwischen 200 und 1.000 nm auf.

Durch die Wahl einer Alkoxysilanverbindung als zu polymerisierende und/oder zu vernetzende Verbindung ist gewährleistet, daß die auf der Konversionsschicht befindliche Polymerschicht zum einen infolge einer Chemisorption über Si-O-Bindungen mit der Oberfläche der Konversionsschicht verbunden ist, zum anderen aber auch über eine Chemisorption im Inneren der Poren. Das Eindringen der Alkoxysilanverbindung in die Poren der Konversionsschicht bewirkt eine Vergrößerung der Kontaktfläche und damit der Chemisorption zwischen Konversionsschicht und Polymerschicht.

Die Bildung der Polymerschicht erfolgt durch an sich bekannte, dem Fachmann geläufige Polymerisationsverfahren (z.B. Lufttrocknung, Erhitzen oder UV-Bestrahlung):

Die Menge an Alkoxysilanverbindung in der aufzubringenden Lösung kann in weiten Grenzen variieren. Im allgemeinen enthält die Lösung 5 bis 45 Gew.-%, insbesondere 10 bis 30 Gew.-% der Alkoxysilanverbindung. Je nach erforderlicher Viskosität kann die Lösung zusätzlich ein polares Lösungsmittel enthalten, das so zu wählen ist, daß es nicht mit der Alkoxysilanverbindung reagiert (z.B. Ethanol).

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform entspricht die Alkoxysilanverbindung der allgemeinen Formel



in der

- X eine Alkoxy-, eine Aryloxy- oder eine Acyloxygruppe mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen darstellt, und insbesondere ausgewählt ist aus der Gruppe der Methoxy-, Ethoxy-, n-Propoxy-, i-Propoxy-, Butoxy-, Phenoxy-, Acetoxy- und Propionyloxygruppen;

- R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup>, gleich oder verschieden voneinander, ausgewählt sind aus der Gruppe der
  - Amino-, Monoalkylamino- oder Dialkylaminoreste;
  - Alkylreste, insbesondere der Alkylreste mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, Isopropyl-, n-Butyl-, s-Butyl-, t-Butyl-, Pentyl-, Hexyl- oder Cyclohexylreste;
  - Alkenylreste, insbesondere der Alkenylreste mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Vinyl-, 1-Propenyl-, 2-Propenyl- oder Butenylreste;
  - Alkinylreste, insbesondere der Alkenylreste mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Acetylenyl- oder Propargylreste;
  - Arylreste, insbesondere der Arylreste mit 6 bis 10 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise Phenyl- oder Naphenylreste;
  - Epoxyreste, insbesondere der Epoxyreste mit 3 bis 16 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der -Glycidyl-, Glycidylether-, Glycidylester- oder Glycidyl-oxalkylreste; oder
  - zuvor beschriebenen Gruppe X; und
- a und b, gleich oder verschieden voneinander, den Wert 0, 1, 2 oder 3 darstellen, wobei die Summe von a und b den Wert 3 nicht überschreitet.

Eine entsprechende Alkoxsilanverbindung kann ein Tetraalkoxysilan, Epoxyalkoxysilan oder Aminoalkoxysilan sein.

Sehr gute Ergebnisse wurden mit Tetraethoxysilan, 3-Glycidyloxypropyl-trimethoxysilan, 3-Aminopropyl-trimethoxysilan und 3-(Aminoethylamin)propyl-trimethoxysilan als Alkoxsilanverbindung erhalten.

Um die Haftung zwischen Konversions- und Polymerschicht noch weiter zu verbessern empfiehlt es sich, der auf die Konversionsschicht aufzubringenden Lösung zusätzlich eine zur Bildung eines Titankomplexes fähige Verbindung zuzusetzen. Der Begriff „zur Bildung eines Titankomplexes fähige Verbindung“ bezeichnet Verbindungen, die mit der Alkoxsilanverbindung und der Konversionsschicht über Komplexbindung verbrückte TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>-Systeme bilden. Durch die Reaktion zwischen Alkoxsilanverbindung und Titanverbindung wird darüber hinaus eine vernetzte Polymerschicht erhalten.

Eine besonders geeignete Verbindung ist eine Alkoxytitanverbindung, ein Titansäureester oder ein Titanelchelat, insbesondere eine Verbindung der Formel Ti(OR)<sub>4</sub>, in der R

einen Alkylrest mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen darstellt, der vorzugsweise ausgewählt ist aus der Gruppe der Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, i-Propyl- und Butylreste.

Sehr gute Ergebnisse wurden mit Tetraethoxytitananat  $Ti(OC_2H_5)_4$  erzielt.

Das molare Verhältnis zwischen Alkoxysilanverbindung und Titanverbindung ist nicht kritisch und liegt im allgemeinen zwischen 1 und 20.

Lösungen, die sowohl eine Alkoxysilanverbindung als auch eine zur Bildung eines Titankomplexes fähige Verbindung enthalten, sind beispielsweise in der DE 41 38 218 A1 beschrieben und können von verschiedenen Firmen bezogen werden (z.B. Deltacoll® 80 von der Fa. Dörken).

Sofern erforderlich, kann die Polymerschicht auch noch eine Farbe aufweisen. In diesem Fall enthält die zu polymerisierende und/oder zu vernetzende Lösung zusätzlich mindestens einen in einem polaren Lösemittel löslichen Farbstoff, insbesondere einen Metallkomplex-Farbstoff. Solch ein Metallkomplex-Farbstoff ist beispielsweise unter der Handelsbezeichnung Neozapon® von der Fa. BASF, Orasol® von der Fa. Ciba-Geigy, Savinyl® von der Fa. Sandoz oder Lampronol® von der Fa. ICI erhältlich.

Aufgrund der Löslichkeit des Farbstoffs in einem polaren Lösungsmittel wird eine homogene Lösung und damit ein homogener Aufbau der Polymerschicht erreicht. Es findet sich somit keine Anreicherung des Farbstoffs in der Polymerschicht, die als „Sollbruchstelle“ zwischen Konversions- und Polymerschicht wirken könnte.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung einer Konverionsschicht wird die Passivierung bevorzugterweise in einem pH-Bereich des wässrigen Passivierungselektrolyten von 7,0 bis 8,0 durchgeführt.

Somit kann auf einen Zusatz von Säuren verzichtet werden. Das bedeutet, daß keine Verringerung des pH-Werts durch Zugabe von Säuren notwendig ist, um die Oxidationskraft der Permanganatanionen zu erhöhen.

Weiter ist es mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erstmals möglich, eine ausreichende Passivierung bei einer Temperatur des wässrigen Passivierungselektrolyten von 15 bis 50 °C, insbesondere von 20 bis 30 °C, durchzuführen.

Die Passivierung wird dabei üblicherweise für eine Zeitdauer von 2 bis 10 Minuten durchgeführt.

Die Konzentration an Kaliumpermanganat im erfindungsgemäßen wäßrigen Passivierungselektrolyten beträgt bevorzugt 1 bis 10 g/l; die des Alkali- oder Ammoniumsalzes der Vanadat-, Molybdat- und/oder Wolframationen vorzugsweise 1 bis 10 g/l. Insbesondere die Obergrenze der Vanadat-, Molybdat- und/oder Wolframatkonzentration ist nicht kritisch. So ist das erfindungsgemäße Verfahren auch mit einem Elektrolyten durchführbar, der eine gesättigte Lösung dieser Salze, sogar mit ungelösten Bestandteilen, enthält.

Der synergistische Effekt zwischen Permanganationen und Vanadat-, Molybdat- und/oder Wolframationen wird besonders deutlich, wenn man versucht, einen Gegenstand aus Magnesium nur mit einer wäßrigen Kaliumpermanganatlösung mit einer Konzentration von 1 bis 10 g/l bei gleichen Arbeitsparametern zu passivieren. Denn unter diesen Bedingungen ist es nicht möglich, eine Konversionsschicht mit ausreichender Korrosionsschutzwirkung zu erhalten.

Bei den erfindungsgemäß passivierten Gegenständen handelt es sich beispielsweise um Teile für die Kraftfahrzeugindustrie, Elektro- und Elektronikindustrie, Maschinenbauindustrie, Luft- und Raumfahrttechnik sowie um Teile von Sportgeräten.

Zu nennen sind insbesondere Teile von Motoren und Getriebegehäusen, Instrumententafeln, Türen und Einzelteile hiervon, Lenkgetriebegehäuse, Radsterne für Motorräder, Drosselklappengehäuse, Aufnahmeverrichtungen für Fräser, Rotoren oder Verdrängergehäuse für Kompressoren, Siegelbacken für Verpackungsmaschinen, Teile für Steckerleisten und elektrische Verbinder, Lampenträger, Lampengehäuse, Rotorgehäuse von Helikoptern, Gehäuse für elektrische Geräte und Teile von Sportbögen.

Besonders einsetzbare Magnesiumlegierungen sind alle gebräuchlichen Druckguß-, Guß- und Knetlegierungen. Beispiele hierfür sind insbesondere AZ91, AZ81, AZ61, AM60, AM50, AM20, AS41, AS21, AE42, QE22, ZE41, ZK61 und AZ31, AZ60, ZK30, ZK60, WE43 und WE54 (Bezeichnungen nach ASTM).

Die Erfindung betrifft des weiteren auch die Verwendung einer Lösung zur Herstellung eines erfindungsgemäßen Gegenstands, wobei diese Lösung mindestens eine der zuvor beschriebenen Alkooxysilanverbindungen enthält.

Als Vorbehandlung für die erfundungsgemäße chemische Passivierung werden die Gegenstände aus Magnesium oder seinen Legierungen zuvor in an sich bekannter Weise mit Mineralsäuren wie Phosphorsäure, Flußsäure, Salpetersäure etc. gebeizt.

Des weiteren ist es möglich, daß zusätzlich auf die Konversionsschicht mit oder ohne zusätzlicher Polymerschicht ein Lack oder eine Farbe aufgetragen wird.

Als Lacke eignen sich alle handelsüblichen Lacke auf Pulver- oder Epoxybasis sowie Elektrotauchlacke. Bevorzugt sind Pulverlacke auf Basis hochmolekularer Epoxyharze vom Bisphenol-A Typ, ggf. kombiniert mit einem carboxylgruppenhaltigen Polyesterharz, wie sie z.B. unter der Bezeichnung Delta-S-NT-Pulverlack von der Fa. Dörken, Herdecke, erhältlich sind.

Die folgenden Beispiele dienen der Erläuterung der Erfindung.

### **Vergleichsbeispiel 1**

12 Platten aus der Magnesiumlegierung AZ91HP mit den Abmessungen 50 x 100 x 2 mm werden entsprechend der MIL-Spezifikation M3171 Typ I chromatiert.

Je drei der auf diese Weise passivierten Platten werden im Originalzustand (ohne Versiegelung), sowie mit speziellen Lacküberzügen versiegelt, einem Salznebeltest nach DIN 50021-SS unterzogen.

Als Versiegelung wird eine Silankombination (DELTACOLL 80 der Fa. Dörken) und/oder ein Epoxid-Polyesterpulverlack (Delta-S-NT-Pulverlack der Fa. Dörken) gemäß den in der Tabelle I angegebenen Bedingungen verwendet.

Die Ergebnisse der Salznebeltests sind in Tabelle I angegeben.

### **Beispiel 1**

12 Platten aus der Magnesiumlegierung AZ91HP mit den Abmessungen 50 x 100 x 2 mm werden 30 Sekunden lang in 75 %iger  $H_3PO_4$  gebeizt. Anschließend wird mit entionisiertem Wasser gespült und die Platten bei Raumtemperatur 30 Sekunden lang in 10 %iger NaOH neutralisiert; danach werden die Platten nochmals mit entionisiertem Wasser gespült. Die Platten werden in nassem Zustand 5 Minuten lang bei Raumtemperatur in einen wässrigen Passivierungselektrolyten getaucht, bestehend aus einer wässrigen Lösung von 3 g/l  $KMnO_4$  und 1 g/l  $NH_4VO_3$ . Nach dem Herausnehmen der

Platten aus dem Passivierungsbad wird die grau-braun aussenende Konversionsschicht mit entionisiertem Wasser gespült und danach 30 Minuten lang bei 110 °C getrocknet. Je drei der auf diese Weise passivierten Platten werden im Originalzustand (ohne Versiegelung), sowie mit speziellen Lacküberzügen versiegelt, einem Salznebeltest nach DIN 50021-SS unterzogen.

Als Versiegelung wird eine Silankombination (DELTACOLL 80 der Fa. Dörken) und/oder ein Epoxid-Polyesterpulverlack (Delta-S-NT-Pulverlack der Fa. Dörken) gemäß den in der Tabelle I angegebenen Bedingungen verwendet.

Die Ergebnisse der Salznebeltests sind in Tabelle I angegeben.

**Tabelle I**

|  | Vergleichsbeispiel 1<br>[h]* | Beispiel 1<br>[h]* |
|--|------------------------------|--------------------|
| Passivierung ohne<br>Versiegelung  | 5 – 10                       | 5 – 10             |
| Passivierung<br>+ Silankombination (DELTACOLL 80)  | 412 – 495                    | 451 – 608          |
| Passivierung<br>+ Epoxid Polyesterpulverlack (Delta-<br>Pulverlack) 80 bis 100 µm                                      | 505 – 603                    | 528 - 607          |
| Passivierung<br>+ Silankombination (DELTACOLL 80)<br>+ Epoxid Polyesterpulverlack (Delta-<br>Pulverlack) 80 bis 100 µm | 796 – 1038                   | 818 – 1038         |

\*: Der kleinere Wert entspricht der Zeit, bei der die erste der drei Platten einen unzureichenden Korrosionsschutz zeigt; der größere Wert gibt die Zeit an, bei der die letzte der drei Platten einen unzureichenden Korrosionsschutz zeigt.

## **Vergleichsbeispiel 2**

6 Platten aus der Magnesiumlegierung AM50HP mit den Abmessungen 50 x 100 x 2 mm werden entsprechend der MIL-Spezifikation M3171 Typ I chromatiert.

Je drei der auf diese Weise passivierten Platten werden im Originalzustand (ohne Versiegelung), sowie mit einer Silankombination (DELTACOLL 80 der Fa. Dörken) versiegelt, einem Salznebeltest nach DIN 50021-SS unterzogen.

Die Ergebnisse der Salznebeltests sind in Tabelle II angegeben.

**Beispiel 2**

6 Platten aus der Magnesiumlegierung AM50HP mit den Abmessungen 50 x 100 x 2 mm werden in 40 %iger HF 60 Sekunden lang bei Raumtemperatur gebeizt. Nach dem Spülen mit entionisiertem Wasser werden die Platten in einen wässrigen Passivierungselektrolyten, bestehend aus einer wässrigen Lösung mit 4 g/l KMnO<sub>4</sub> und 1,5 g/l Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>, 10 Minuten lang bei Raumtemperatur eingetaucht. Nach dem Herausnehmen der Platten wird die goldbraun irisierende Konversionsschicht mit entionisiertem Wasser gespült und 60 Minuten lang bei 110 °C getrocknet.

Je drei der auf diese Weise passivierten Platten werden im Originalzustand (ohne Versiegelung), sowie mit einer Silankombination (DELTACOLL 80 der Fa. Dörken) versiegelt, einem Salznebeltest nach DIN 50021-SS unterzogen.

Die Ergebnisse der Salznebeltests sind in Tabelle II angegeben.

**Tabelle II**

|   | Vergleichsbeispiel 2<br>[h]* | Beispiel 2<br>[h]* |
|---|------------------------------|--------------------|
| Passivierung ohne<br>Versiegelung                 | 5 – 10                       | 5 – 10             |
| Passivierung<br>+ Silankombination (DELTACOLL 80) | 483 – 694                    | 552 – 745          |

\*: Der kleinere Wert entspricht der Zeit, bei der die erste der drei Platten einen unzureichenden Korrosionsschutz zeigt; der größere Wert gibt die Zeit an, bei der die letzte der drei Platten einen unzureichenden Korrosionsschutz zeigt.

**Vergleichsbeispiel 3**

6 Platten aus der Magnesiumlegierung AZ91HP mit den Abmessungen 50 x 100 x 2 mm werden entsprechend der MIL-Spezifikation M3171 Typ I chromatiert.

Je drei der auf diese Weise passivierten Platten werden mit einer Silankombination (DELTACOLL 80 der Fa. Dörken) und mit einem Epoxid-Polyesterpulverlack (Delta-SEN-T-Pulverlack der Firma Dörken) versiegelt, und anschließend einem Salznebeltest nach DIN 50021-SS unterzogen.

Es wurde die Anzahl der Korrosionspunkte in Abhängigkeit der Zeit ermittelt. Die Ergebnisse sind in Tabelle III angegeben.

**Beispiel 3**

6 Platten aus AZ91HP mit den Abmessungen 50 x 100 x 2 mm werden in 75 %iger  $H_3PO_4$  30 Sekunden lang gebeizt. Danach wird mit entionisiertem Wasser gespült und die Platten mit einer 10 %igen wäßrigen NaOH 45 Sekunden lang neutralisiert und anschließend nochmals mit entionisiertem Wasser gespült. Die Platten werden dann in nassem Zustand 4 Minuten lang bei Raumtemperatur in einen wäßrigen Passivierungselektrolyten getaucht, bestehend aus einer wäßrigen Lösung von 3 g/l  $KMnO_4$  und 1 g/l  $NaVO_3$ . Nach dem Herausnehmen der Platten wird die graubraun aussehende Konversionsschicht mit entionisiertem Wasser gespült und anschließend 45 Minuten lang bei 110 °C getrocknet.

Je drei der auf diese Weise passivierten Platten werden mit einer Silankombination (DELTACOLL 80 der Fa. Dörken) und mit einem Epoxid-Polyesterpulverlack (Delta-SEN-T-Pulverlack der Firma Dörken) versiegelt, und anschließend einem Salznebeltest nach DIN 50021-SS unterzogen.

Es wurde die Anzahl der Korrosionspunkte in Abhängigkeit von der Zeit ermittelt. Die Ergebnisse sind in Tabelle III angegeben.

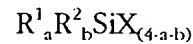
**Tabelle III**

|   | Korrosionspunkte nach 100 h | Korrosionspunkte nach 200 h | Korrosionspunkte nach 350 h |
|---|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| Beispiel 3<br>+ Silankombination (DELTACOLL 80)                                       | 0                           | 0                           | 1                           |
| Vergleichsbeispiel 3<br>+ Silankombination (DELTACOLL 80)                             | 3                           | 4                           | 8                           |
| Beispiel 3<br>+ Epoxid Polyesterpulverlack (Delta-Pulverlack) 80 bis 100 µm           | 0                           | 0                           | 0                           |
| Vergleichsbeispiel 3<br>+ Epoxid Polyesterpulverlack (Delta-Pulverlack) 80 bis 100 µm | 0                           | 0                           | 1                           |

Die Tabelle III zeigt deutlich einen verbesserten Korrosionsschutz für die erfindungsgemäße Konversionsschicht bei Verwendung einer Silankombination.

## P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Gegenstand aus Magnesium oder seinen Legierungen, dessen Oberfläche ganz oder teilweise eine Konversionsschicht aufweist, dadurch gekennzeichnet, daß die Konversionsschicht  $MgO$ ,  $Mn_2O_3$  und  $MnO_2$  sowie mindestens ein Oxid aus der Gruppe von Vanadium, Molybdän und Wolfram aufweist.
2. Gegenstand nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Konversionsschicht erhältlich ist durch Passivierung des Gegenstands mittels eines wäßrigen Passivierungselektrolyten, wobei dieser wäßrige Passivierungselektrolyt Kaliumpermanganat und mindestens ein Alkali- oder Ammoniumsalz eines Anions aus der Gruppe von Vanadat, Molybdat und Wolframat enthält.
3. Gegenstand nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich auf der Konversionsschicht eine Polymerschicht aufgebracht ist, erhältlich durch Polymerisieren und/oder Vernetzen einer Lösung, die mindestens eine Alkoxy silanverbindung enthält.
4. Gegenstand nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Alkoxy silanverbindung der allgemeinen Formel



entspricht, in der

- X eine Alkoxy-, eine Aryloxy- oder eine Acyloxygruppe mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, darstellt, und insbesondere ausgewählt ist aus der Gruppe der Methoxy-, Ethoxy-, n-Propoxy-, i-Propoxy-, Butoxy-, Phenoxy-, Acetoxy- und Propionyloxygruppen;
- $R^1$  und  $R^2$ , gleich oder verschieden voneinander, ausgewählt sind aus der Gruppe der
  - Amino-, Monoalkylamino- oder Dialkylaminoreste;

- Alkylreste, insbesondere der Alkylreste mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, Isopropyl-, n-Butyl-, s-Butyl-, t-Butyl-, Pentyl-, Hexyl- oder Cyclohexylreste;
- Alkenylreste, insbesondere der Alkenylreste mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Vinyl-, 1-Propenyl-, 2-Propenyl- oder Butenylreste;
- Alkinylreste, insbesondere der Alkenylreste mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Acetylenyl- oder Propargylreste;
- Arylreste, insbesondere der Arylreste mit 6 bis 10 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise Phenyl- oder Naphtenylreste;
- Epoxyreste, insbesondere der Epoxyreste mit 3 bis 16 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Glycidyl-, Glycidylether-, Glycidylester- oder Glycidyl-oxyalkylreste; oder
- zuvor beschriebenen Gruppe X; und
- a und b, gleich oder verschieden voneinander, den Wert 0, 1, 2 oder 3 darstellen, wobei die Summe von a und b den Wert 3 nicht überschreitet.

5. Gegenstand nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Alkoxysilanverbindung ein Tetraalkoxysilan, Epoxyalkoxysilan oder Aminoalkoxysilan ist.

6. Gegenstand nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Alkoxysilanverbindung ausgewählt ist aus der Gruppe von Tetraethoxysilan, 3-Glycidyl-oxypropyl-trimethoxysilan, 3-Aminopropyl-trimethoxysilan und 3-(Aminoethyl-amin)propyl-trimethoxysilan.

7. Gegenstand nach einem der Ansprüche 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösung zusätzlich eine zur Bildung eines Titankomplexes fähige Verbindung enthält.

8. Gegenstand nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Bildung eines Titankomplexes fähige Verbindung eine Alkoxytitanverbindung, ein Titansäureester oder ein Titanelchelat ist und insbesondere der Formel  $Ti(OR)_4$  entspricht, in der R einen Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen darstellt, der vorzugsweise ausgewählt ist aus der Gruppe der Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, i-Propyl- und Butylreste.

9. Gegenstand nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Bildung eines Titankomplexes fähige Verbindung Tetraethoxytitanat  $Ti(OC_2H_5)_4$  ist.
10. Gegenstand nach einem der Ansprüche 3 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösung zusätzlich mindestens einen in einem polaren Lösemittel löslichen Farbstoff, insbesondere einen Metallkomplex-Farbstoff, enthält.
11. Verfahren zur Erzeugung einer Konversionsschicht auf einem Gegenstand aus Magnesium oder seinen Legierungen, dadurch gekennzeichnet, daß der Gegenstand einer Passivierung mittels eines wäßrigen Passivierungselektrolyten unterzogen wird, wobei der wäßrige Passivierungselektrolyt Kaliumpermanganat und mindestens ein Alkali- oder Ammoniumsalz eines Anions aus der Gruppe von Vanadat, Molybdat und Wolframat enthält.
12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Passivierung in einem pH-Bereich des wäßrigen Passivierungselektrolyten von 7,0 bis 8,0 durchgeführt wird.
13. Verfahren nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Passivierung bei einer Temperatur des wäßrigen Passivierungselektrolyten von 15 bis 50 °C, insbesondere von 20 bis 30 °C, durchgeführt wird.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Passivierung für eine Zeitdauer von 2 bis 10 Minuten durchgeführt wird.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration an Kaliumpermanganat in dem wäßrigen Passivierungselektrolyten 1 bis 10 g/l beträgt.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration des Alkali- oder Ammoniumsalzes aus der Gruppe von Vanadat, Molybdat und Wolframat in dem wäßrigen Passivierungselektrolyten 1 bis 10 g/l beträgt.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß auf die Konversionsschicht ein Lack oder eine Farbe aufgetragen ist bzw. wird.

18. Verwendung einer Lösung zur Herstellung eines Gegenstands nach einem der Ansprüche 3 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösung mindestens eine Alkoxysilanverbindung nach einem der Ansprüche 3 bis 9 enthält.
19. Verwendung eines Gegenstandes nach einem der Ansprüche 1 bis 10 sowie eines Gegenstandes erhältlich durch ein Verfahren nach einem der Ansprüche 11 bis 17 in der Kraftfahrzeugindustrie, Elektro- und Elektronikindustrie, Maschinenbauindustrie, Luft- und Raumfahrt.

10-01  
(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
28. September 2000 (28.09.2000)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 00/56950 A3**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: **C23C 22/68, 22/40**

(21) Internationales Aktenzeichen: **PCT/DE00/00872**

(22) Internationales Anmeldedatum: **22. März 2000 (22.03.2000)**

(25) Einreichungssprache: **Deutsch**

(26) Veröffentlichungssprache: **Deutsch**

(30) Angaben zur Priorität: **199 13 242.9 24. März 1999 (24.03.1999) DE**

(71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): **ELECTRO CHEMICAL ENGINEERING GMBH [CH/CH]; Poststrasse 9, CH-6301 Zug (CH)**

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): **KURZE, Peter [DE/DE]; Lagerstrasse 10, D-52385 Nideggen (DE). KRÜGER, Ulrike [DE/DE]; Falladastrasse 12, D-50171 Kerpen (DE). KOHLER, Marco [DE/DE]; Hordorfer Weg 49, D-53332 Bornheim (DE). BANERJEE, Dora [DE/DE]; Regengasse 10, D-50171 Kerpen (DE).**

(74) Anwalt: **DUNKELBERG, Oliver; Partnerschaft Dunkelberg & Stute, Friesenwall 5-7, D-50672 Köln (DE).**

(81) Bestimmungsstaaten (*national*): **AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.**

(84) Bestimmungsstaaten (*regional*): **ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).**

**Veröffentlicht:**  
— *Mit internationalem Recherchenbericht.*

(88) Veröffentlichungsdatum des internationalen Recherchenberichts: **19. April 2001**

*Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.*

**WO 00/56950 A3**

(54) Title: CHEMICALLY PASSIVATED OBJECT MADE OF MAGNESIUM OR ALLOYS THEREOF

(54) Bezeichnung: CHEMISCH PASSIVIERTER GEGENSTAND AUS MAGNESIUM ODER SEINEN LEGIERUNGEN

(57) Abstract: The invention relates to an object made of magnesium or alloys thereof, whose surface is partially or wholly covered with a conversion layer. Said conversion layer contains MgO, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and MnO<sub>2</sub> in addition to at least one oxide from the vanadium, molybdenum and tungsten group. The invention also relates to a method for producing such an object and the use thereof.

(57) Zusammenfassung: Gegenstand aus Magnesium oder seinen Legierungen, dessen Oberfläche ganz oder teilweise eine Konversionsschicht aufweist, wobei die Konversionschicht MgO, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und MnO<sub>2</sub> sowie mindestens ein Oxid aus der Gruppe von Vanadium, Molybdän und Wolfram aufweist; sowie ein Verfahren zur Herstellung eines solchen Gegenstandes und dessen Verwendung.

**VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT  
UF DEM GEBIET DES PATENTWESENS**

**PCT**

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

|   |   |   |
|---|---|---|
| Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts<br><b>204/99003WO</b> | <b>WEITERES<br/>VORGEHEN</b>  | siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit zutreffend, nachstehender Punkt 5 |
| Internationales Aktenzeichen<br><b>PCT/DE 00/00872</b>        | Internationales Anmeldedatum<br>(Tag/Monat/Jahr)<br><b>22/03/2000</b> | (Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr)<br><b>24/03/1999</b>   |
| Anmelder<br><b>ELECTRO CHEMICAL ENGINEERING GMBH</b>          |   |   |

Dieser internationale Recherchenbericht wurde von der Internationalen Recherchenbehörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Internationalen Büro übermittelt.

Dieser internationale Recherchenbericht umfaßt insgesamt **5** Blätter.

Darüber hinaus liegt ihm jeweils eine Kopie der in diesem Bericht genannten Unterlagen zum Stand der Technik bei.

**1. Grundlage des Berichts**

a. Hinsichtlich der **Sprache** ist die internationale Recherche auf der Grundlage der internationalen Anmeldung in der Sprache durchgeführt worden, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die internationale Recherche ist auf der Grundlage einer bei der Behörde eingereichten Übersetzung der internationalen Anmeldung (Regel 23.1 b)) durchgeführt worden.

b. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale Recherche auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das

in der internationalen Anmeldung in Schriftlicher Form enthalten ist.

zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.

bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.

bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.

Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.

Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfaßten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

2.  Bestimmte Ansprüche haben sich als nicht recherchierbar erwiesen (siehe Feld I).

3.  Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung (siehe Feld II).

**4. Hinsichtlich der Bezeichnung der Erfindung**

wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.

wurde der Wortlaut von der Behörde wie folgt festgesetzt:

**5. Hinsichtlich der Zusammenfassung**

wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.

wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der in Feld III angegebenen Fassung von der Behörde festgesetzt. Der Anmelder kann der Behörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.

**6. Folgende Abbildung der Zeichnungen ist mit der Zusammenfassung zu veröffentlichen: Abb. Nr. \_\_\_\_\_**

wie vom Anmelder vorgeschlagen

weil der Anmelder selbst keine Abbildung vorgeschlagen hat.

weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.

keine der Abb.

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/DE 00/00872

## Feld I Bemerkungen zu den Ansprüchen, die sich als nicht recherchierbar erwiesen haben (Fortsetzung von Punkt 2 auf Blatt 1)

Gemäß Artikel 17(2)a) wurde aus folgenden Gründen für bestimmte Ansprüche kein Recherchenbericht erstellt:

1.  Ansprüche Nr. weil sie sich auf Gegenstände beziehen, zu deren Recherche die Behörde nicht verpflichtet ist, nämlich
2.  Ansprüche Nr. weil sie sich auf Teile der internationalen Anmeldung beziehen, die den vorgeschriebenen Anforderungen so wenig entsprechen, daß eine sinnvolle internationale Recherche nicht durchgeführt werden kann, nämlich
3.  Ansprüche Nr. weil es sich dabei um abhängige Ansprüche handelt, die nicht entsprechend Satz 2 und 3 der Regel 6.4 a) abgefaßt sind.

## Feld II Bemerkungen bei mangelnder Einheitlichkeit der Erfindung (Fortsetzung von Punkt 3 auf Blatt 1)

Die internationale Recherchenbehörde hat festgestellt, daß diese internationale Anmeldung mehrere Erfindungen enthält:

siehe Zusatzblatt

1.  Da der Anmelder alle erforderlichen zusätzlichen Recherchengebühren rechtzeitig entrichtet hat, erstreckt sich dieser internationale Recherchenbericht auf alle recherchierbaren Ansprüche.
2.  Da für alle recherchierbaren Ansprüche die Recherche ohne einen Arbeitsaufwand durchgeführt werden konnte, der eine zusätzliche Recherchengebühr gerechtfertigt hätte, hat die Behörde nicht zur Zahlung einer solchen Gebühr aufgefordert.
3.  Da der Anmelder nur einige der erforderlichen zusätzlichen Recherchengebühren rechtzeitig entrichtet hat, erstreckt sich dieser internationale Recherchenbericht nur auf die Ansprüche, für die Gebühren entrichtet worden sind, nämlich auf die Ansprüche Nr.
4.  Der Anmelder hat die erforderlichen zusätzlichen Recherchengebühren nicht rechtzeitig entrichtet. Der internationale Recherchenbericht beschränkt sich daher auf die in den Ansprüchen zuerst erwähnte Erfindung; diese ist in folgenden Ansprüchen erfaßt:  
1 - 17, 19

### Bemerkungen hinsichtlich eines Widerspruchs

Die zusätzlichen Gebühren wurden vom Anmelder unter Widerspruch gezahlt.  
 Die Zahlung zusätzlicher Recherchengebühren erfolgte ohne Widerspruch.

WEITERE ANGABEN

PCT/ISA/ 210

Die internationale Recherchenbehörde hat festgestellt, daß diese internationale Anmeldung mehrere (Gruppen von) Erfindungen enthält, nämlich:

1. Ansprüche: 1-17, 19

Gegenstand aus Magnesium mit einer MgO, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und MnO<sub>2</sub> Konversionsschicht sowie mindestens ein Oxid aus der Gruppe von V, Mo und W.

2. Anspruch : 18

Verwendung einer Lösung, die mindestens eine Alkoxy silanverbindung zur Herstellung eines Gegenstandes nach einem der abhängigen Ansprüche 3 bis 10 enthält .

A. KLASSEFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 C23C22/68 C23C22/40

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C23C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

PAJ, WPI Data, EP0-Internal

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile  | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|---|--------------------|
| A          | US 5 851 597 A (KAKIZAKI MASAHIKO ET AL)<br>22. Dezember 1998 (1998-12-22)<br>das ganze Dokument<br>Beispiele 1,2<br>---  | 1,3,4              |
| A          | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN<br>vol. 1998, no. 13,<br>30. November 1998 (1998-11-30)<br>& JP 10 219473 A (TAKATANI MATSUFUMI),<br>18. August 1998 (1998-08-18)<br>Zusammenfassung<br>--- | 1,11               |
| A          | EP 0 839 931 A (NIHON HYOMEN KAGAKU<br>KABUSHIKI) 6. Mai 1998 (1998-05-06)<br>Ansprüche 1-22; Beispiel 10<br>---  | 1,11               |

 Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen Siehe Anhang Patentfamilie

- \* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- \*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- \*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- \*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- \*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- \*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

- \*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- \*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- \*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- \*&\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

10. August 2000

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

13. 11. 00

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

De Anna, P

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

nationales Aktenzeichen

PCT/DE 00/00872

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie <sup>o</sup> | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile      | Betr. Anspruch Nr. |
|------------------------|---|--------------------|
| A                      | US 5 750 197 A (SUBRAMANIAN VIJAY ET AL)<br>12. Mai 1998 (1998-05-12)<br>Spalte 2, Zeile 10-58<br>----- | 3,4                |

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

internationales Aktenzeichen  
PCT/DE 00/00872

## Feld I Bemerkungen zu den Ansprüchen, die sich als nicht recherchierbar erwiesen haben (Fortsetzung von Punkt 2 auf Blatt 1)

Gemäß Artikel 17(2)a) wurde aus folgenden Gründen für bestimmte Ansprüche kein Recherchenbericht erstellt:

1.  Ansprüche Nr. weil sie sich auf Gegenstände beziehen, zu deren Recherche die Behörde nicht verpflichtet ist, nämlich
2.  Ansprüche Nr. weil sie sich auf Teile der internationalen Anmeldung beziehen, die den vorgeschriebenen Anforderungen so wenig entsprechen, daß eine sinnvolle internationale Recherche nicht durchgeführt werden kann, nämlich
3.  Ansprüche Nr. weil es sich dabei um abhängige Ansprüche handelt, die nicht entsprechend Satz 2 und 3 der Regel 6.4 a) abgefaßt sind.

## Feld II Bemerkungen bei mangelnder Einheitlichkeit der Erfindung (Fortsetzung von Punkt 3 auf Blatt 1)

Die internationale Recherchenbehörde hat festgestellt, daß diese internationale Anmeldung mehrere Erfindungen enthält:

siehe Zusatzblatt

1.  Da der Anmelder alle erforderlichen zusätzlichen Recherchengebühren rechtzeitig entrichtet hat, erstreckt sich dieser internationale Recherchenbericht auf alle recherchierbaren Ansprüche.
2.  Da für alle recherchierbaren Ansprüche die Recherche ohne einen Arbeitsaufwand durchgeführt werden konnte, der eine zusätzliche Recherchengebühr gerechtfertigt hätte, hat die Behörde nicht zur Zahlung einer solchen Gebühr aufgefordert.
3.  Da der Anmelder nur einige der erforderlichen zusätzlichen Recherchengebühren rechtzeitig entrichtet hat, erstreckt sich dieser internationale Recherchenbericht nur auf die Ansprüche, für die Gebühren entrichtet worden sind, nämlich auf die Ansprüche Nr.
4.  Der Anmelder hat die erforderlichen zusätzlichen Recherchengebühren nicht rechtzeitig entrichtet. Der internationale Recherchenbericht beschränkt sich daher auf die in den Ansprüchen zuerst erwähnte Erfindung; diese ist in folgenden Ansprüchen erfaßt:  
1 - 17, 19

Bemerkungen hinsichtlich eines Widerspruchs

Die zusätzlichen Gebühren wurden vom Anmelder unter Widerspruch gezahlt.  
 Die Zahlung zusätzlicher Recherchengebühren erfolgte ohne Widerspruch.

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/DE 00/00872

WEITERE ANGABEN

PCT/ISA/ 210

Die internationale Recherchenbehörde hat festgestellt, daß diese internationale Anmeldung mehrere (Gruppen von) Erfindungen enthält, nämlich:

1. Ansprüche: 1-17, 19

Gegenstand aus Magnesium mit einer MgO, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und MnO Konversionsschicht sowie mindestens ein Oxid aus der Gruppe von V, Mo und W.

2. Anspruch : 18

Verwendung einer Lösung, die mindestens eine Alkoxy silanverbindung zur Herstellung eines Gegenstandes nach einem der abhängigen Ansprüche 3 bis 10 enthält .

**VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM  
GEBIET DES PATENTWESEN**

**PCT**

**INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT**

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

REC'D 22 MAR 2001  
WIPO PCT  
15

|   |   |   |
|---|---|---|
| Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts<br><br>204/99003WO  | <b>WEITERES VORGEHEN</b>  | siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/IPEA/416) |
| Internationales Aktenzeichen<br><br>PCT/DE00/00872  | Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr)<br><br>22/03/2000 | Prioritätsdatum (Tag/Monat/Tag)<br><br>24/03/1999   |
| Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK<br><br>C23C22/68  |   |   |
| Anmelder<br><br>ELECTRO CHEMICAL ENGINEERING GMBH et al.  |   |   |
| <p>1. Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.</p> <p>2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 4 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.</p> <p><input type="checkbox"/> Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).</p> <p>Diese Anlagen umfassen insgesamt Blätter.</p>   |   |   |
| <p>3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>I <input checked="" type="checkbox"/> Grundlage des Berichts</li> <li>II <input type="checkbox"/> Priorität</li> <li>III <input type="checkbox"/> Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erforderliche Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit</li> <li>IV <input type="checkbox"/> Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung</li> <li>V <input checked="" type="checkbox"/> Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erforderlichen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung</li> <li>VI <input type="checkbox"/> Bestimmte angeführte Unterlagen</li> <li>VII <input checked="" type="checkbox"/> Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung</li> <li>VIII <input checked="" type="checkbox"/> Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung</li> </ul> |   |   |

|   |  |
|---|--|
| Datum der Einreichung des Antrags<br><br>06/09/2000   | Datum der Fertigstellung dieses Berichts<br><br>20.03.2001                       |
| Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:<br><br><br>Europäisches Patentamt<br>D-80298 München<br>Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d<br>Fax: +49 89 2399 - 4465 | Bevollmächtigter Bediensteter<br><br>De Anna, P<br><br>Tel. Nr. +49 89 2399 8456 |



# INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/DE00/00872

## I. Grundlage des Berichts

1. Dieser Bericht wurde erstellt auf der Grundlage (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten.*):

### Beschreibung, Seiten:

1-12 ursprüngliche Fassung

### Patentansprüche, Nr.:

1-19 ursprüngliche Fassung

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um

- die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- Beschreibung, Seiten:
- Ansprüche, Nr.: 18
- Zeichnungen, Blatt:

# INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/DE00/00872

5.  Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

*(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen).*

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

## V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

### 1. Feststellung

|                                |                        |
|--------------------------------|------------------------|
| Neuheit (N)                    | Ja: Ansprüche 1-17, 19 |
|                                | Nein: Ansprüche        |
| Erfinderische Tätigkeit (ET)   | Ja: Ansprüche 1-17, 19 |
|                                | Nein: Ansprüche        |
| Gewerbliche Anwendbarkeit (GA) | Ja: Ansprüche 1-17, 19 |
|                                | Nein: Ansprüche        |

### 2. Unterlagen und Erklärungen siehe Beiblatt

## VII. Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung

Es wurde festgestellt, daß die internationale Anmeldung nach Form oder Inhalt folgende Mängel aufweist:  
siehe Beiblatt

## VIII. Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Zur Klarheit der Patentansprüche, der Beschreibung und der Zeichnungen oder zu der Frage, ob die Ansprüche in vollem Umfang durch die Beschreibung gestützt werden, ist folgendes zu bemerken:  
siehe Beiblatt

**Zu Punkt I**

**Grundlage des Berichts**

1. Anspruch 18 wurde mit Schreiben vom 06/10/2000 eingegangen am 10/10/2000 zurückgenommen.

Die mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung wird nicht bestritten.

**Zu Punkt V**

**Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

2. Keine der im Internationalen Recherchebericht zitierten Dokumenten offenbaren ein Gegenstand aus Magnesium oder seinen Legierungen mit einer Konversionsschicht die MgO, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und MnO<sub>2</sub> sowie mindestens ein Oxid aus der Gruppe von Vanadium, Molybdän und Wolfram aufweist.

**Zu Punkt VII**

**Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung**

3. Die Beschreibung steht nicht, wie in Regel 5.1 a) iii) PCT vorgeschrieben, in Einklang mit den Ansprüchen.

**Zu Punkt VIII**

**Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung**

4. Das auf Seite 8, letztes Absatz, beschriebene Ausführungsbeispiel fällt nicht unter die vorliegenden Ansprüche. Dieser Widerspruch zwischen den Ansprüchen und der Beschreibung führt zu Zweifeln bezüglich des Gegenstandes des Schutzbegehrens, weshalb die Ansprüche nicht klar sind (Artikel 6 PCT).

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/DE 00/00872

## Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1.  Claims Nos.: because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
  
2.  Claims Nos.: because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
  
3.  Claims Nos.: because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

## Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

See supplemental sheet

1.  As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2.  As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3.  As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
  
4.  No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

1-17, 19

Remark on Protest

The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.

No protest accompanied the payment of additional search fees.

The International Searching Authority found that this International Application contains several inventions or groups of inventions, as follows:

1. Claims Nos. 1-7, 19

An object consisting of magnesium with a conversion layer containing MgO, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and MnO<sub>2</sub> in addition to at least one oxide from the V, Mo and W group.

2. Claim No. 18

The use of a solution which contains at least one alkoxy silane compound for producing an object, according to one of the dependent claims 3 to 10.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PC

E 00/00872

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
 IPC 7 C23C22/68 C23C22/40

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C23C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

PAJ, WPI Data, EPO-Internal

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category ° | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages   | Relevant to claim No. |
|------------|--|-----------------------|
| A          | US 5 851 597 A (KAKIZAKI MASAHIKO ET AL)<br>22 December 1998 (1998-12-22)<br>the whole document<br>examples 1,2<br>---   | 1,3,4                 |
| A          | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN<br>vol. 1998, no. 13,<br>30 November 1998 (1998-11-30)<br>& JP 10 219473 A (TAKATANI MATSUFUMI),<br>18 August 1998 (1998-08-18)<br>abstract<br>--- | 1,11                  |
| A          | EP 0 839 931 A (NIHON HYOMEN KAGAKU<br>KABUSHIKI) 6 May 1998 (1998-05-06)<br>claims 1-22; example 10<br>---  | 1,11                  |

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

## ° Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

10 August 2000

Date of mailing of the international search report

13.11.00

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

De Anna, P

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

CT/DE 00/00872

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                    | Relevant to claim No. |
|----------|---|-----------------------|
| A        | US 5 750 197 A (SUBRAMANIAN VIJAY ET AL)<br>12 May 1998 (1998-05-12)<br>column 2, line 10-58<br>----- | 3,4                   |

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
Information on patent family members

Int'l Application No  
PCT/00/00872

| Patent document cited in search report | Publication date | Patent family member(s) |  | Publication date |
|--|------------------|-------------------------|--|------------------|
| US 5851597 A                           | 22-12-1998       | JP 9228062 A            |  | 02-09-1997       |
|  |                  | CA 2197973 A            |  | 21-08-1997       |
|  |                  | DE 19706482 A           |  | 21-08-1997       |
|  |                  | US 6051322 A            |  | 18-04-2000       |
| JP 10219473 A                          | 18-08-1998       | NONE                    |  |                  |
| EP 0839931 A                           | 06-05-1998       | JP 10183364 A           |  | 14-07-1998       |
|  |                  | EP 0922785 A            |  | 16-06-1999       |
|  |                  | US 6096140 A            |  | 01-08-2000       |
| US 5750197 A                           | 12-05-1998       | AU 5862498 A            |  | 03-08-1998       |
|  |                  | BR 9807057 A            |  | 02-05-2000       |
|  |                  | WO 9830735 A            |  | 16-07-1998       |
|  |                  | EP 1015662 A            |  | 05-07-2000       |
|  |                  | PL 334657 A             |  | 13-03-2000       |
|  |                  | ZA 9800133 A            |  | 08-01-1999       |

09.03.154  
Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

|  |   |  |
|--|---|--|
| Applicant's or agent's file reference<br>204/99003 WO                                      | <b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416) |  |
| International application No.<br>PCT/DE00/00872  | International filing date (day/month/year)<br>22 March 2000 (22.03.00)  | Priority date (day/month/year)<br>24 March 1999 (24.03.99) |
| International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC<br>C23C 22/68 |   |  |
| Applicant<br>ELECTRO CHEMICAL ENGINEERING GMBH   | TECHNOLGIC CENTER 13 REC'D  |  |

|  |
|--|
| 1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.  |
| 2. This REPORT consists of a total of <u>4</u> sheets, including this cover sheet.   |
| <input type="checkbox"/> This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings, which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).<br>These annexes consist of a total of _____ sheets.   |
| 3. This report contains indications relating to the following items:<br><br>I <input checked="" type="checkbox"/> Basis of the report<br>II <input type="checkbox"/> Priority<br>III <input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability<br>IV <input type="checkbox"/> Lack of unity of invention<br>V <input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement<br>VI <input type="checkbox"/> Certain documents cited<br>VII <input checked="" type="checkbox"/> Certain defects in the international application<br>VIII <input checked="" type="checkbox"/> Certain observations on the international application |

|  |   |
|--|---|
| Date of submission of the demand<br>06 September 2000 (06.09.00) | Date of completion of this report<br>20 March 2001 (20.03.2001) |
| Name and mailing address of the IPEA/EP                          | Authorized officer  |
| Facsimile No.  | Telephone No.   |

## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/DE00/00872

## 1. Basis of the report

## 1. With regard to the elements of the international application:\*

 the international application as originally filed the description:pages 1-12, as originally filed  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_ the claims:pages 1-19, as originally filed  
pages \_\_\_\_\_, as amended (together with any statement under Article 19  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_ the drawings:pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_ the sequence listing part of the description:pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

## 2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language \_\_\_\_\_ which is:

 the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)). the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)). the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

## 3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

 contained in the international application in written form. filed together with the international application in computer readable form. furnished subsequently to this Authority in written form. furnished subsequently to this Authority in computer readable form. The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished. The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.4.  The amendments have resulted in the cancellation of: the description, pages \_\_\_\_\_ the claims, Nos. 18 \_\_\_\_\_ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_5.  This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).\*\*

\* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

\*\* Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.  
PCT/DE 00/00872

I. Basis of the report

1. This report has been drawn on the basis of (*Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments.*):

Based on a letter submitted on 6 October 2000, Claim 18 was withdrawn on 10 October 2000.

The lack of unity of invention is not being challenged.

## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/DE 00/00872

## V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

## 1. Statement

|                               |        |          |     |
|-------------------------------|--------|----------|-----|
| Novelty (N)                   | Claims | 1-17, 19 | YES |
|                               | Claims |          | NO  |
| Inventive step (IS)           | Claims | 1-17, 19 | YES |
|                               | Claims |          | NO  |
| Industrial applicability (IA) | Claims | 1-17, 19 | YES |
|                               | Claims |          | NO  |

## 2. Citations and explanations

None of the documents cited in the international search report discloses an object made of magnesium or alloys thereof having a conversion layer comprising MgO, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and MnO<sub>2</sub> as well as an oxide from the vanadium, molybdenum and wolfram group.

**INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT**

International application No.

PCT/DE 00/00872

**VII. Certain defects in the international application**

The following defects in the form or contents of the international application have been noted:

The description is not consistent with the claims (PCT Rule 5.1(a)(iii)).

**VIII. Certain observations on the international application**

The following observations on the clarity of the claims, description, and drawings or on the question whether the claims are fully supported by the description, are made:

The embodiment described on page 8, final paragraph does not fall within the present claims. This inconsistency between the claims and the description leads to doubts regarding the subject matter for which protection is sought, and consequently the claims are not clear (PCT Article 6).